### [2] Patent No. 2731562

(Claim 1) A method, of fabricating a catalyst carrier, characterized in that a sintered unit of porous silicon carbide formed into a honeycombed structure is heated at a predetermined temperature in an oxidizing atmosphere to thereby oxidize part of the silicon carbide of said sintered unit and form a silica film, for carrying a catalyst, on the inner surface of the pores of said sintered unit.

(Page 2, right column, lines 1 to 4)

A multiplicity of gas passage holes 2 extending in parallel to the axial direction of the base member 1 are formed, and the portions at one of the ends on the supply side and the discharge side of each of said gas passage holes 2 are sealed alternately with a small piece 3 of silicon carbide.

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

# 第2731562号

(45)発行日 平成10年(1998) 3月25日

(24)登録日 平成9年(1997)12月19日

(51) Int.Cl. 6		識別記号	庁内整理番号	FΙ			技術表示箇所
B O 1 J	27/224			B 0 1 J	27/224	Z	
B 0 1 D	53/86				37/14		
B 0 1 J	37/14			B 0 1 D	53/36	С	

請求項の数3(全 3 頁)

		The second second			
(21)出顯番号	特顯昭63-334147	(73)特許樁者	99999999		
			イビデン株式会社		
(22)出願日	昭和63年(1988)12月29日		岐阜県大垣市神田町2丁目1番地		
			大橋 義美		
(65)公開番号	特別平2-180641		岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イ		
(43)公開日	平成2年(1990)7月13日	ビデン株式会社河間工場内			
		4	山内 英俊		
			岐阜県大垣市河間町3丁目200番地 イ		
			ビデン株式会社河間工場内		
			<b>护理士 恩田 博宜</b>		
		審査官	新居田 知生		
		(56) 参考文献	特開 昭62-45344 (JP, A)		
	•				
		1			

# (54) 【発明の名称】 触媒担体及びその製造方法

#### (57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】予めハニカム状に形成した多孔質炭化珪素焼結体を酸化雰囲気にて所定温度で加熱することにより、この焼結体の孔部内面において前記焼結体の炭化珪素の一部を酸化して触媒担持用のシリカ膜を形成することを特徴とする触媒担体の製造方法。

【請求項2】ハニカム状に形成された多孔質炭化珪素焼結体の孔部内面に触媒担持用のシリカ膜が形成され、そのシリカ膜を含む多孔質炭化珪素焼結体の酸素濃度は0.005wt%から2wt%であることを特徴とする触媒担体。

【請求項3】前記シリカ膜を含む多孔質焼結体中の酸素は炭化珪素結晶の表層部に存在することを特徴とする請求項2に記載の触媒担体。

#### 【発明の詳細な説明】

[産業上の利用分野]

この発明はディーゼルエンジン等の内燃機関における 排気ガスを浄化処理するための触媒成分を担持可能な触 媒担体及びその製造方法に関する。

#### 〔従来の技術〕

従来、例えばディーゼルエンジンの排気ガスを浄化する場合には、コージエライトによってハニカム状に形成した触媒担体と、その触媒担体に担持された触媒成分とを有するフィルターをディーゼルエンジンの排気側に接続し、このフィルターによって前記排気ガス中のカーボン、NOX及びHC等を酸化分解するようになっている。

#### [発明が解決しようとする課題]

ところが、上記のフィルターにおける触媒担体は融点 (1200~1300℃)の低いコージエライトによって形成されているため、フィルター内において、排気ガスの不均 ーな燃焼が生じて、局部的な温度上昇が生じると、触媒 担体が部分的に溶解する。そして、ディーゼルエンジンの使用が停止されて、フィルターが冷却された時、前記溶解部分から触媒担体にクラックが発生し、フィルターの機能が低下するという問題があった。

上記の問題を解決するため、触媒担体として耐熱性及び熱伝導性に優れた炭化珪素焼結体を使用することがすでに提案されている(特開昭62-45344号公報)。この4公報に開示された触媒担体においては、炭化珪素焼結体にコロイダルシリカを浸透させた後に高温で加熱することによって、焼結体内外における炭化珪素粒子の表面に触媒担持用のシリカ膜を形成するようになっている。

そのため、コロイダルシリカという特別な材料が必要になると共に、工程数が増加して手間がかかるばかりでなく、焼結体の内部の細孔がコロイダルシリカ等の塗布剤に閉塞され易く、焼結体の圧力損失が増大するという問題がある。

この発明は上記の事情を考慮してなされたものであって、その目的は炭化珪素焼結体の強度低下を招くことなく、極めて簡単な方法によって触媒担体の孔部内面に所望の厚さのシリカ膜を確実に形成することが可能な触媒担体の製造方法を提供することにある。

# [課題を解決するための手段及び作用]

上記の目的を達成するために、この発明では、予めハニカム状に形成した多孔質炭化珪素焼結体を酸化雰囲気にて所定温度で加熱することにより、この焼結体の孔部内面において前記焼結体の炭化珪素の一部を酸化して触 媒担持用のシリカ膜を形成するようにしている。

又、炉の有効容積が0.4m3の場合、前記酸化雰囲気は 炭化珪素焼結体に対して毎分1~20の割合で供給され る空気によって形成され、かつ加熱温度及び加熱時間は それぞれ600~1200℃及び0.3~10時間に設定されること が望ましい。

上記の製造方法によって触媒担体を製造すると、多孔質炭化珪素焼結体の孔部内面において、炭化珪素の一部が酸化されて、炭化珪素結晶の表層部にシリカ膜が形成される。シリカ膜を含む多孔質炭化珪素焼結体の酸素 度は0.005wt%から2wt%の範囲であることが必要である。酸素 濃度が0.005wt%より少ないと、前記焼結体の孔部内面の表層に形成されるシリカ膜が薄く、貴金属元素を有する酸化物系触媒を担持させる場合に、前記シリカ膜が剥離し、前記酸化物系触媒と多孔質炭化珪素焼結体とのぬれ性が悪く、担体に十分な強度を持たせることが困難になる。酸素 濃度が2wt%より多いと、シリカ膜が厚くなり、母体の多孔質炭化珪素焼結体との熱膨張のミスマッチングが生じて強度の劣化を生じる。酸素 濃度が0.006~0.1wt%の範囲がより好ましい。

以下、この発明を図面に従って詳細に説明する。第1 図及び第2図に示すように、触媒担体を構成する基材1 は髙い融点 (~3000℃) を有する多孔質炭化珪素焼結体 によってハニカム状に形成されると共に、全体として円 柱状をなしている。そして、<u>この基材1には軸線方向に</u> 平行に延びる多数のガス通過孔2が形成され、各ガス通 過孔2の供給側及び排出側のいずれか一端が炭化珪素質 の小片3によって交互に封止されている。この基材1に おいて、各ガス通過孔2の内壁面には所定の酸素濃度

(0.005~2wt%) を有するシリカ膜が形成されている。そこで、触媒担体の製造方法について説明すると、先ず、炭化珪素粉末を主成分とする原料により、例えば木件出願人による特開昭61~259763号公報に記載された公知の方法に従って、所定の密度、曲げ強度、比表面積及び所定の酸素濃度(0.002~0.8wt%、好ましくは0.0024~0.04wt%)を有するハニカム状基材1を焼成する。そして、この基材1を炭化珪素製の炉に入れた後、毎分1~20の空気を炉内に強制的に送り込んで循環させると同時に、炉内の温度を0.3~10時間にわたって600~1200℃の範囲の温度に保持する。

この加熱温度が600℃未満であると、酸化反応が起こり難く、1200℃を越えると、酸化反応が進みすぎて、シリカ膜が焼結体内部まで形成されて、強度低下を招く。

上記の加熱処理により、各ガス通過孔2の内壁面及び基材1の表面において、炭化珪素結晶の表層部が酸化され、所定の酸素濃度(0.005~2wt%)のシリカ膜が形成される。このシリカ膜は前記空気量、加熱時間、加熱温度及び基材1の比表面積等に依存して変化するため、これらを制御することにより、所望の酸素濃度の均一なシリカ膜を形成できる。その後、前記シリカ膜に、白金に代表される白金族元素やその他の金属元素及びその酸化物等からなる酸化触媒を担持させれば、内燃機関等の排気ガス浄化用フィルターが形成される。

そして、排気ガスが排気通路4内において、第1図に 矢印で示すように、その供給側から基材1内に導入され ると、ガス通過孔2間の壁部により、排気ガス中のカー ボンやHC等が濾過されると共に、シリカ膜上の触媒によ り、酸化される。そして、浄化された排気ガスが基材1 から排出される。

尚、触媒を基材1のシリカ膜に担持させるには、下記の方法を使用できる。即ち、

- (a) 触媒成分を含むスラリーを基材 1 の一端面側から吹き掛ける。
- (b) 触媒成分を含むスラリー中に基材1を数回浸漬する。この場合、触媒成分を基材1の中央部よりも両端部に多く担持させたり、その逆にしたりする。
- (c) 触媒成分を含むスラリーを塗布する。 [実施例]

β型の結晶構造を有する炭化珪素粉末を主成分とする原料の押出成形加工により、密度が1.2g/cm3,曲げ強度が180kg/cm2,比表面積が0.7m2/g,酸素濃度が0.008wt%のハニカム状基材1を形成し、この基材1を有効容積が0.4m3の炉内に入れ、その炉内に毎分1の空気を強制的に供給しながら、800℃で1時間にわたって加熱し

た。それにより、ガス通過孔2の内面全体に、酸素濃度 として0.02wt%のシリカ膜が形成され、シリカ膜の形成 後に基材1の曲げ強度が低下することもなかった。

#### 〔発明の効果〕

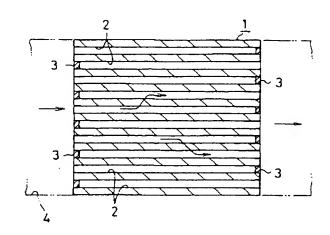
以上詳述したように、請求項1記載の発明は炭化珪素 焼結体の強度低下を招くことなく、極めて簡単な方法に よって触媒担体の孔部内面に所望のシリカ膜を確実に形 成することができるという優れた効果を発揮する。 また、請求項2及び3記載の発明は最適な厚さのシリカ膜が形成される触媒担体を得ることができるという優れた効果を発揮する。

#### 【図面の簡単な説明】

第1図はこの発明の製造方法によって製造される触媒担体の断面図、第2図は側面図である。

1……基材、2……ガス通過孔。

【第1図】



【第2図】

